

10 Rec'd PCT/PTC

10/507012

PCT/JP 03/02772

日本国特許庁

10.04.03

JAPAN PATENT OFFICE

別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されている事項と同一であることを証明する。

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed with this Office

出願年月日  
Date of Application:

2002年 6月26日

REC'D 06 JUN 2003

出願番号  
Application Number:

特願2002-186838

[ST.10/C]:

[JP2002-186838]

出願人  
Applicant(s):

サカタインクス株式会社

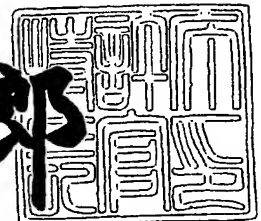
PRIORITY  
DOCUMENT

SUBMITTED OR TRANSMITTED IN  
COMPLIANCE WITH RULE 17.1(a) OR (b)

2003年 5月20日

特許庁長官  
Commissioner,  
Japan Patent Office

太田信一郎



出証番号 出証特2003-3037198

【書類名】 特許願

【整理番号】 SX32A

【あて先】 特許庁長官殿

【国際特許分類】 C07C251/00

【発明の名称】 処理顔料及びその用途

【請求項の数】 6

【発明者】

【住所又は居所】 大阪市西区江戸堀1丁目23番37号 サカタインクス  
株式会社内

【氏名】 加野 仁紀

【発明者】

【住所又は居所】 大阪市西区江戸堀1丁目23番37号 サカタインクス  
株式会社内

【氏名】 伊藤 和典

【発明者】

【住所又は居所】 大阪市西区江戸堀1丁目23番37号 サカタインクス  
株式会社内

【氏名】 淀 貴明

【特許出願人】

【識別番号】 000105947

【氏名又は名称】 サカタインクス株式会社

【代理人】

【識別番号】 100086586

【弁理士】

【氏名又は名称】 安富 康男

【選任した代理人】

【識別番号】 100112025

【弁理士】

【氏名又は名称】 玉井 敬憲

【手数料の表示】

【予納台帳番号】 033891

【納付金額】 21,000円

【提出物件の目録】

【物件名】 明細書 1

【物件名】 要約書 1

【包括委任状番号】 0014815

【プルーフの要否】 要

【書類名】 明細書

【発明の名称】 処理顔料及びその用途

【特許請求の範囲】

【請求項1】 カルボジイミド基と反応する官能基を有する顔料（但し、カーボンブラックは除く）を、カルボジイミド化合物で処理してなることを特徴とする処理顔料。

【請求項2】 前記カルボジイミド化合物は、分子内にカルボジイミド基を少なくとも1つ有するカルボジイミド当量が100～50000のものであることを特徴とする請求項1記載の処理顔料。

【請求項3】 前記カルボジイミド化合物は、分子内にポリエステル側鎖、ポリエーテル側鎖、ポリエーテルポリエステル側鎖及びポリアクリル側鎖からなる群より選択される少なくとも1つの側鎖を有するものであることを特徴とする請求項1又は2記載の処理顔料。

【請求項4】 前記カルボジイミド化合物は、側鎖がカルボジイミド基との反応により分子内に導入されてなるものであることを特徴とする請求項1～3のいずれかに記載の処理顔料。

【請求項5】 前記カルボジイミド基と反応する官能基を有する顔料は、カルボキシル基、水酸基及びアミノ基からなる群より選択される少なくとも1種の官能基を有するものであることを特徴とする請求項1～4のいずれかに記載の処理顔料。

【請求項6】 請求項1～5のいずれかに記載の処理顔料を含有することを特徴とする顔料分散組成物。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【産業上の利用分野】

本発明は、処理顔料及びそれを含有する顔料分散組成物に関し、より詳しくは、印刷インキ、塗料、液晶カラーフィルタ用顔料分散レジスト組成物、インクジェット用インキ、筆記具用インキ、リボンインキ、液体现像剤等の分野で利用されたとき、（1）高い顔料濃度でも良好な流動性と分散安定性を有する、（2）顔

料を微細に分散した場合でも良好な流動性と分散安定性を有する処理顔料及びそれを含有する顔料分散組成物に関する。

#### 【0002】

##### 【従来の技術】

印刷インキ、塗料、液晶カラーフィルタ用顔料分散レジスト組成物、インクジェット用インキ、筆記具用インキ、リボンインキ、液体现像剤等の分野において、顔料が広く使用されている。

これら顔料の分散技術は、近年著しい進歩が遂げられており、製造の合理化のために顔料濃度をできるだけ高くして顔料を分散せる方法が行われている。しかしながら、顔料濃度を高くすると流動性、分散安定性が低下するという問題を有している。

#### 【0003】

また、液晶カラーフィルタ用顔料分散レジスト組成物、インクジェット用インキ、液体现像剤等の分野では、鮮明な色相と高堅牢度が要求される等の理由により、高級顔料が使用されるようになってきている。しかしながら、これら高級顔料は、他の顔料と比較して、初期の微細分散安定性及び経時安定性が乏しいため、凝集を起こして沈降し、また、流動性が低下するという問題を有している。

#### 【0004】

そこで、これらの問題を解決するために、従来より、顔料自体の処理（表面処理・改質）や、顔料に良好な濡れ性（吸着性）を有する顔料分散剤、顔料誘導体、界面活性剤の開発等、数多くの研究が行われてきた。

#### 【0005】

例えば、古くから、酸性顔料に対して、塩基性基を有する顔料分散剤を利用して、酸-塩基の親和力によって顔料表面に顔料分散剤を吸着させる方法等が行われている。しかしながら、このような酸-塩基の親和力程度では、顔料表面に顔料分散剤を吸着させる効果が充分とはいえず、上記問題を改善するまでに到っていない。従って、様々な分野でより有効に利用されるようにするため、顔料の濃度が高い場合であっても良好な流動性、分散安定性を発揮し、高級顔料を使用した場合であっても、良好な初期の微細分散安定性及び経時安定性を有することがで

きるようにする工夫の余地があった。

#### 【0006】

##### 【発明が解決しようとする課題】

本発明が解決しようとする課題は、顔料濃度が高い場合であっても良好な流動性、分散安定性を示す処理顔料及びそれを含有する顔料分散組成物を提供することである。また、高級顔料を使用した場合であっても、良好な初期の微細分散安定性及び経時安定性を示す処理顔料、及び、それを含有する顔料分散組成物を提供することである。

#### 【0007】

##### 【課題を解決するための手段】

本発明者らは、上記の課題を解決するために鋭意検討した結果、カルボジイミド基と反応する官能基を有する顔料（但し、カーボンブラックは除く）を、カルボジイミド化合物で処理した処理顔料を使用することにより、（１）顔料濃度が高い場合であっても流動性、分散安定性が良好な顔料分散組成物が得られること、（２）高級顔料を使用した場合であっても、初期の微細分散安定性及び経時安定性が良好な顔料分散組成物が得られることを見出し、本発明を完成するに至った。

#### 【0008】

すなわち、本発明は、（１）カルボジイミド基と反応する官能基を有する顔料（但し、カーボンブラックは除く）を、カルボジイミド化合物で処理してなる処理顔料に関する。

また、本発明は、（２）上記カルボジイミド化合物は、分子内にカルボジイミド基を少なくとも１つ有するカルボジイミド当量が１００～５００００のものである上記（１）記載の処理顔料に関する。

#### 【0009】

また、本発明は、（３）上記カルボジイミド化合物は、分子内にポリエステル側鎖、ポリエーテル側鎖、ポリエーテルポリエステル側鎖及びポリアクリル側鎖からなる群より選択される少なくとも１つの側鎖を有するものである上記（１）又は（２）記載の処理顔料に関する。

また、本発明は、(4) 上記カルボジイミド化合物は、側鎖がカルボジイミド基との反応により分子内に導入されてなるものである上記(1)～(3)のいずれかに記載の処理顔料に関する。

#### 【0010】

また、本発明は、(5) 上記カルボジイミド基と反応する官能基を有する顔料は、カルボキシ基、水酸基及びアミノ基からなる群より選択される少なくとも1種の官能基を有するものである上記(1)～(4)のいずれかに記載の処理顔料に関する。

また、本発明は、(6) 上記(1)～(5)のいずれかに記載の処理顔料を含有する顔料分散組成物に関する。

#### 【0011】

##### 【発明の実施の形態】

以下、本発明の処理顔料及びその用途について詳細に説明する。

本発明の処理顔料は、カルボジイミド基と反応する官能基を有する顔料（但し、カーボンブラックは除く）を、カルボジイミド化合物で処理してなるものである。

このような処理顔料では、カルボジイミド化合物の分子内に存在するカルボジイミド基が、顔料表面に存在するカルボキシ基や水酸基等のカルボジイミド基と反応する官能基と反応して、共有結合による強い吸着力を持たせることができる。さらにこの処理顔料を分散媒体中に分散したときに、カルボジイミド化合物が後述するポリエステル側鎖、ポリエーテル側鎖、ポリエーテルポリエステル側鎖及びポリアクリル側鎖からなる群より選択される少なくとも1つの側鎖を有するものであると、該側鎖が、分散媒体中でドメインを形成して立体障害等の作用をすることから、顔料を分散媒体中に安定的に分散させることができるものと考えられる。

#### 【0012】

まず、本発明におけるカルボジイミド基と反応する官能基を有する顔料について説明する。

上記顔料は、カルボジイミド基と反応する官能基を有する顔料であって、カーボ

ンブラック以外のものである。このような顔料は、1種又は2種以上を用いることができる。

上記カルボジイミド基と反応する官能基としては、カルボキシル基、水酸基及びアミノ基からなる群より選択される少なくとも1種の官能基であることが好ましい。すなわち本発明における顔料の好ましい形態は、カルボキシル基、水酸基及びアミノ基からなる群より選択される少なくとも1種の官能基を有するものである。

#### 【0013】

上記顔料の種類としては、例えば、染料レーキ顔料、アゾ系、ベンズイミダゾロン系、フタロシアニン系、キナクリドン系、アントラキノン系、ジオキサジン系、インジゴ系、チオインジゴ系、ペリレン系、ペリノン系、ジケトピロロピロール系、イソインドリノン系、ニトロ系、ニトロソ系、アンスラキノン系、フラバンスロン系、キノフタロン系、ピランスロン系、インダンスロン系等の有機顔料等が挙げられる。

#### 【0014】

また、顔料表面にカルボジイミド基と反応する官能基がない場合は、表面処理して導入することができ、例えば、顔料分散安定化と表面処理技術・評価（2001年12月25日第1刷発行）頁76～頁85記載のプラズマ処理、酸素／紫外線処理、特開昭58-217559号公報の低温プラズマ法によって導入できる。

表面処理する際に用いる分散溶媒としては、水系分散溶媒、有機系溶媒いずれも用いることができる。

#### 【0015】

次に、本発明で利用できるカルボジイミド基を含有する化合物について説明する。

カルボジイミド基を含有する化合物とは、分子内にカルボジイミド基、即ち、 $-N=C=N-$ を少なくとも1つ有する化合物である。このようなカルボジイミド基を含有する化合物は、単独で用いてもよく、2種以上を併用してもよい。このようなカルボジイミド基を1つ以上有するカルボジイミド化合物を得る一般



的な方法としては、有機溶媒中で、カルボジイミド化触媒の存在下、イソシアネート化合物を脱炭酸反応によりカルボジイミド化して得られるカルボジイミド化合物が利用できる。

#### 【0016】

上記イソシアネート化合物としては、メチルイソシアネート、エチルイソシアネート、プロピルイソシアネート、ブチルイソシアネート、オクタデシルイソシアネート、フェニルイソシアネート等のモノイソシアネート；ヘキサメチレンジイソシアネート、イソホロンジイソシアネート、トリレンジイソシアネート、ジフェニルメタンジイソシアネート、シクロヘキサンジイソシアネート、ジシクロヘキシルメタンジイソシアネート、キシリレンジイソシアネート、テトラメチレンジイソシアネート、テトラメチルキシリレンジイソシアネート等の脂肪族、脂環族、芳香族、芳香脂肪族のジイソシアネート化合物を挙げることができる。

#### 【0017】

また、利用可能な有機溶媒としては、沸点が高く、かつ、イソシアネート化合物や生成するカルボジイミド基を有する化合物と反応するような活性水素を持たないものであり、具体的には、トルエン、キシレン、ジエチルベンゼン等の芳香族炭化水素；ジエチレングリコールジアセテート、ジプロピレングリコールジブチレート、ヘキシレングリコールジアセテート、グリコールジアセテート、メチルグリコールアセテート、エチルグリコールアセテート、ブチルグリコールアセテート、エチルジグリコールアセテート、ブチルジグリコールアセテート等のグリコールエーテルエステル類；エチルブチルケトン、アセトフェノン、プロピオフェノン、ジイソブチルケトン、シクロヘキサノン等のケトン類；酢酸アミル、プロピオン酸プロピル、酪酸エチル等の脂肪族エステル等を挙げることができる。

#### 【0018】

また、利用可能なカルボジイミド化触媒としては、ホスホレン類やホスホレンオキサイド類等が挙げられ、具体的には、1-エチル-3-メチル-3-ホスホレンオキサイド、1-フェニル-3-メチル-3-ホスホレンオキサイド、1-フェニル-3-メチル-2-ホスホレンオキサイド等が例示できる。

これらの材料を用いて、イソシアネート基の脱炭酸反応を行う方法としては、既

知の方法が利用でき、例えば、窒素雰囲気下で、100～200℃の反応温度で行うことができる。

#### 【0019】

上記カルボジイミド基を含有する化合物を得る他の方法としては、例えば、米国特許第2941956号、特公昭47-33279号公報、特開平5-178954号公報、特開平6-56950号公報等の方法がある。

#### 【0020】

上述したカルボジイミド基を有する化合物の市販品としては、ジフェニルメタンジイソシアネートを原料としたモノカルボジイミド化合物としてルプラネートMM-103、XTB-3003（いずれも商品名、BASF社製）、スタバクゾールP（商品名、住友バイエルウレタン社製）、テトラメチルキシリレンジイソシアネートを原料としたポリカルボジイミドとしてカルボジライトV-03、V-05等（いずれも商品名、日清紡社製）等が挙げられる。

#### 【0021】

このようなカルボジイミド化合物は、分子内にイソシアネート基を有するが、イソシアネート基と反応可能な官能基を有する化合物を反応させることも可能であり、本発明のカルボジイミド化合物を形成することになる1個以上のカルボジイミド基を有する化合物として利用することができる。

#### 【0022】

このようなイソシアネート基と反応可能な官能基を有する化合物としては、残余のカルボジイミド基と反応性が低くて、先にイソシアネート基と選択的に反応する化合物が好ましく、例えば、メタノール、エタノール等の低分子モノアルコール化合物、上記水酸基を含有するポリエステル化合物、ポリアルキレングリコールとそのモノアルキルエステル化合物、ポリメチルメタクリレートジオール、ポリブチルメタクリレートジオール、ポリ2-エチルヘキシルメタクリレートジオール等の水酸基含有ポリアクリル化合物といったような水酸基含有化合物を挙げることができる。

その中でも、好ましくは式量が500～5000のポリエステル鎖、ポリエーテル鎖、ポリエーテルポリエステル鎖又はポリアクリル鎖である。

## 【0023】

また、カルボジイミド化合物としては、側鎖を有するものが好ましく、分子内にポリエステル側鎖、ポリエーテル側鎖、ポリエーテルポリエステル側鎖及びポリアクリル側鎖からなる群より選択される少なくとも1つの側鎖を有するものであることが好ましい。なお、ここで、「側鎖」とは、カルボジイミド化合物を主鎖としたときに、主鎖から枝分れの状態にある鎖をいい、「ポリエステル側鎖」、「ポリエーテル側鎖」、「ポリエーテルポリエステル側鎖」及び「ポリアクリル側鎖」とは、それぞれ該側鎖がポリエステル鎖、ポリエーテル鎖、ポリエーテルポリエステル鎖及びポリアクリル鎖であるものである。

## 【0024】

本発明におけるカルボジイミド化合物としては、側鎖がカルボジイミド基との反応により分子内に導入されてなるものであることが好ましい。特に好ましくは、カルボジイミド基とそれに反応可能な官能基との反応を利用して、ポリエステル側鎖、ポリエーテル側鎖、ポリエーテルポリエステル側鎖及びポリアクリル側鎖からなる群より選択される少なくとも1つの側鎖を分子内に導入した化合物が利用できる。なお、本発明において、このようなカルボジイミド基と官能基との反応をグラフト化反応、その方法で導入されたポリエステル鎖、ポリエーテル鎖、ポリエーテルポリエステル鎖、ポリアクリル鎖をそれぞれグラフト化ポリエステル鎖、グラフト化ポリエーテル鎖、グラフト化ポリエーテルポリエステル鎖、グラフト化ポリアクリル鎖と呼ぶこともある。また、これらをまとめてグラフト側鎖と呼ぶこともある。

## 【0025】

そして、このようなグラフト化ポリエステル鎖、グラフト化ポリエーテル鎖、グラフト化ポリエーテルポリエステル鎖又はグラフト化ポリアクリル鎖を有するカルボジイミド化合物としては、まず、第一の例として、分子内にカルボジイミド基を2つ以上有する化合物、すなわち側鎖を有さないカルボジイミド化合物をもとに、グラフト化反応によりポリエステル鎖、ポリエーテル鎖、ポリエーテルポリエステル鎖又はポリアクリル鎖を1つ以上付加する（残余のカルボジイミド基も1つ以上とする）方法で得られる化合物を挙げることができる。

## 【0026】

ここで、上記カルボジイミド基を2つ以上有する化合物としては、例えば、有機溶媒中で、カルボジイミド化触媒の存在下、ジイソシアネート化合物を脱炭酸反応によりカルボジイミド化して得られるカルボジイミド化合物が利用できる。具体的に脱炭酸反応させるジイソシアネート化合物としては、上記カルボジイミド基を1つ以上有するカルボジイミド化合物で例示したものと同一ものを挙げることができる。

なお、得られる化合物の分子内にカルボジイミド基を2つ以上有するのに十分な条件下においては、モノイソシアネート化合物を併用してもよく、その場合に利用可能なモノイソシアネート化合物としては、上記カルボジイミド基を1つ以上有するカルボジイミド化合物で例示したものと同一ものを挙げるができる。

## 【0027】

また、利用可能な有機溶媒、カルボジイミド化触媒としては、上記カルボジイミド基を1つ以上有するカルボジイミド化合物を得るために使用する有機溶媒、カルボジイミド化触媒と同じものが使用できる。

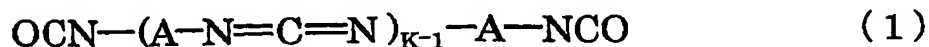
これらの材料を用いて、イソシアネート基の脱炭酸反応を行う方法としては、既知の方法が利用でき、例えば、窒素雰囲気下で、100～200℃の反応温度で行うことができる。

## 【0028】

このような方法を用いて、例えば、K (≧3) モルのジイソシアネート化合物を脱炭酸して得られる化合物は以下の一般式(1)で、また、(K-1)モルのジイソシアネート化合物と2モルのモノイソシアネート化合物を脱炭酸して得られる化合物は、以下の一般式(2)で表すことができる。これらは、ポリカルボジイミド化合物ともいう。

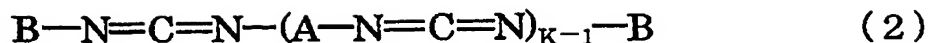
## 【0029】

## 【化1】



## 【0030】

【化2】



【0031】

なお、上記一般式中、Aは、ポリカルボジイミド化合物の合成に用いたジイソシアネート化合物のイソシアネート基を除く残基、Bは、ポリカルボジイミド化合物の合成に用いたモノイソシアネート化合物のイソシアネート基を除く残基である。

【0032】

上記カルボジイミド基を2つ以上有する化合物を得る他の方法としては、上記カルボジイミド基を1つ以上有するカルボジイミド化合物を得るのと同様な方法が例示できる。

【0033】

上述したカルボジイミド基を2つ以上有する化合物の市販品としては、テトラメチルキシリレンジイソシアネートを原料としたポリカルボジイミドとしてカルボジライトV-03、V-05等（いずれも商品名、日清紡社製）等が挙げられる。

【0034】

上記カルボジイミド基を2つ以上有する化合物として、カルボジイミド基を含有する化合物と樹脂から得られるカルボジイミド基を含有する樹脂も使用できる。具体的には、カルボジイミド基含有ウレタン樹脂、カルボジイミド基含有アクリル樹脂、カルボジイミド基含有ポリエステル樹脂等が挙げられる。

【0035】

上記のような方法等を用いて得た、分子内に2つ以上のカルボジイミド基を有する化合物に、さらにグラフト化反応によりポリエステル側鎖、ポリエーテル側鎖、ポリエーテルポリエステル側鎖又はポリアクリル側鎖を導入して、分子内にカルボジイミド基と、このような側鎖とを、それぞれ少なくとも1つ含有するカルボジイミド化合物とする。

【0036】

そして、グラフト化反応によりこれらの側鎖を分子内に導入する代表的な方法と

しては、カルボジイミド基と反応可能な官能基を有するポリエステル化合物、ポリエーテル化合物、ポリエーテルポリエステル化合物又はポリアクリル化合物を用いて、それぞれ、カルボジイミド基と当該官能基とを反応させる方法が利用できる。

#### 【0037】

ここで、カルボジイミド基と反応可能な官能基としては、例えば、カルボキシル基、水酸基、アミノ基等を挙げることができ、このような官能基を有するポリエステル化合物としては、オキシカルボン酸、モノアルコール、低分子ジオール化合物等を開始剤とした環状エステル化合物の開環重合化合物、オキシカルボン酸の自己重縮合化合物、低分子ジオール化合物と低分子ジカルボン酸化合物とを重縮合させて得られる化合物を挙げることができる。上記官能基を有するポリエーテル化合物としては、オキシカルボン酸、モノアルコール、低分子ジオール化合物等を開始剤とした環状エーテル化合物の開環重合化合物等を挙げることができる。上記官能基を有するポリエーテルポリエステル化合物としては、上記ポリエステル化合物のうち、ポリエーテル部分を有するもの、上記ポリエーテル化合物のうちポリエステル部分を有するもの等を挙げることができる。また、上記官能基を有するポリアクリル化合物としては、カルボキシル基、水酸基及びアミノ基からなる群より選択される少なくとも一種を有する（メタ）アクリルモノマーから選択される少なくとも1種を含有する単量体成分を重合してなる（メタ）アクリル系重合体等を挙げることができる。

#### 【0038】

すなわち本発明においては、カルボジイミド化合物は、ポリエステル側鎖、ポリエーテル側鎖、ポリエーテルポリエステル側鎖又はポリアクリル側鎖がカルボジイミド基との反応により分子内に導入されてなるものであることが好適である。より好ましくは、これらの側鎖がカルボジイミド基と、カルボキシル基、水酸基又はアミノ基との反応により分子内に導入されてなるものである。また、ポリエステル側鎖が導入されたカルボジイミド化合物においては、後述するように、ポリエステル側鎖が、ポリカプロラク톤の開環重合によって得られるポリエステル側鎖であることが好ましい。

## 【0039】

上記カルボジイミド基と反応可能な官能基を有するポリエステル化合物における環状エステル化合物の開環重合化合物としては、例えば、乳酸、カプロン酸、1,2-ヒドロキシステアリン酸、ジメチロールプロピオン酸、ジメチロールブタン酸等のモノ又はポリオキシカルボン酸を開始剤として用い、 $\epsilon$ -カプロラクトン、 $\gamma$ -ブチロラクトン、2-メチルカプロラクトン、4-メチルカプロラクトン、 $\beta$ -プロピオラクトン、 $\delta$ -バレロラクトン、 $\beta$ -メチル- $\delta$ -バレロラクトン等の環状エステル化合物を開環重合して得られるカルボキシル基と水酸基を含有するポリエステル化合物、メタノール、エタノール等の低分子モノオール化合物を開始剤として用い、上記環状エステル化合物を開環重合して得られるポリエステルモノオール化合物、エチレングリコール、プロピレングリコール等の低分子ジオール化合物を開始剤として用い、上記環状エステル化合物を開環重合して得られるポリエステルジオール化合物を挙げることができる。

## 【0040】

また、オキシカルボン酸の自己重縮合化合物としては、乳酸、カプロン酸、1,2-ヒドロキシステアリン酸等のモノオキシカルボン酸を重縮合して得られる、カルボキシル基と水酸基を含有するポリエステル化合物を挙げることができる。

さらに、エチレングリコール、1,3-プロパンジオール、1,4-ブタンジオール、1,6-ヘキサジオール等の直鎖状グリコール類、1,2-プロパンジオール、ネオペンチルグリコール、3-メチル-1,5-ペンタンジオール、エチルブチルプロパンジオール等の分岐グリコール類等の低分子ジオール化合物成分と、コハク酸、アジピン酸、アゼライン酸、セバシン酸、マレイン酸等の飽和及び不飽和脂肪族ジカルボン酸、フタル酸等の芳香族ジカルボン酸等の低分子ジカルボン酸化合物成分とを、低分子ジオール化合物の過剰存在下で反応させて、ポリエステルジオール化合物を得ることができる。

## 【0041】

これらのポリエステル化合物の中でも、カルボジイミド基との反応性の面からはカルボキシル基の方が有利である。特にジオール化合物はグラフト化反応の間に架橋してゲル化を起こす可能性があり、また、もととなるポリカルボジイミド化

化合物がさらにイソシアネート基を有する場合、カルボジイミド基より先にイソシアネート基との反応が起こり、反応の制御が困難となる。

そこで、官能基が水酸基のみのポリエステル化合物については、さらに、無水フタル酸、無水マレイン酸、無水コハク酸等の酸無水物を反応させて、カルボキシル基を一つ含有ポリエステル化合物を得てから、グラフト化反応させることが望ましい。

#### 【0042】

上記カルボジイミド基と反応可能な官能基を有するポリエーテル化合物における環状エーテル化合物の開環重合化合物としては、例えば、乳酸、カプロン酸、1,2-ヒドロキシステアリン酸、ジメチロールプロピオン酸、ジメチロールブタン酸等のモノ又はポリオキシカルボン酸を開始剤として用い、エチレンオキサイド、プロピレンオキサイド、トリメチレンオキサイド、テトラヒドロフラン、テトラヒドロピラン等の環状エーテル化合物を開環重合して得られるカルボキシル基と水酸基を含有するポリエーテル化合物；メタノール、エタノール等の低分子モノオール化合物を開始剤として用い、上記環状エーテル化合物を開環重合して得られるポリエーテルモノオール化合物；エチレングリコール、プロピレングリコール等の低分子ジオール化合物を開始剤として用い、上記環状エーテル化合物を開環重合して得られるポリエーテルジオール化合物を挙げることができる。

#### 【0043】

これらのポリエーテル化合物の中でも、カルボジイミド基との反応性の面からはカルボキシル基の方が有利である。特にジオール化合物はグラフト化反応の間に架橋してゲル化を起こす可能性があり、また、もととなるポリカルボジイミド化合物がさらにイソシアネート基を有する場合、カルボジイミド基より先にイソシアネート基との反応が起こり、反応の制御が困難となる。

#### 【0044】

上記カルボジイミド基と反応可能な官能基を有するポリアクリル化合物におけるカルボキシル基を有する（メタ）アクリル系モノマーとしては、（メタ）アクリル酸、クロトン酸、マレイン酸、フマル酸、シトラコン酸、イタコン酸等；水酸基を有する（メタ）アクリル系モノマーとしては、2-ヒドロキシエチル（メタ



）アクリレート、ヒドロキシプロピル（メタ）アクリレート、ヒドロキシペンチル（メタ）アクリレート等の（メタ）アクリル酸ヒドロキシアルキルエステル；アミノ基を有する（メタ）アクリルモノマーとしては、（メタ）アクリルアミド、N-メチル（メタ）アクリルアミド、N-エチル（メタ）アクリルアミド、N-プロピル（メタ）アクリルアミド、N-ブチル（メタ）アクリルアミド、N-ヘキシル（メタ）アクリルアミド、N-オクチル（メタ）アクリルアミド等の（メタ）アクリルアミド単量体等が挙げられる。

【0045】

更に、本発明で使用する（メタ）アクリル系重合体は、反応成分として上記以外の一般にアクリル系樹脂の反応成分として使用されるアルキルエステルやスチレン系モノマー等、既知のモノマーを更に使用して製造したものであっても何等差し支えなく、これらの各反応成分を用いて、既知の製造方法でアクリル系樹脂を製造できる。

【0046】

また、これらのポリアクリル化合物の中でも、カルボジイミド基との反応性の面からはカルボキシル基の方が有利である。特に水酸基を2つ以上有する（メタ）アクリル系重合体はグラフト化反応の間に架橋してゲル化を起こす可能性があり、また、もととなるポリカルボジイミド化合物がさらにイソシアネート基を有する場合、カルボジイミド基より先にイソシアネート基との反応が起こり、反応の制御が困難となる。

【0047】

そこで、官能基が水酸基のみのポリアクリル化合物については、更に、無水フタル酸、無水マレイン酸、無水コハク酸等の酸無水物を反応させて、カルボキシル基を一つ含有したポリアクリル化合物を得てから、グラフト化反応させることが望ましい。

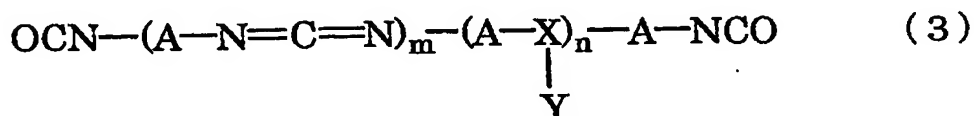
【0048】

上記で例示したグラフト化ポリエステル鎖、グラフト化ポリエーテル鎖、グラフトポリエーテルポリエステル鎖又はグラフト化ポリアクリル鎖を分子内に少なくとも1つ有する化合物は、さらに、カルボジイミド基を少なくとも1つ有する必

要があり、例えば、上記一般式(1)で表されるポリカルボジイミド化合物を  $K-1 = m + n$  個としたとき、下記一般式(3)で表されるカルボジイミド化合物を得るものである。

【0049】

【化3】



【0050】

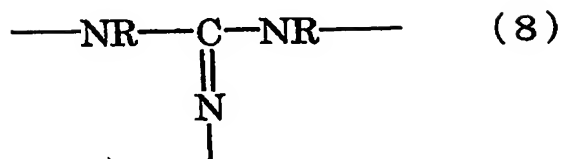
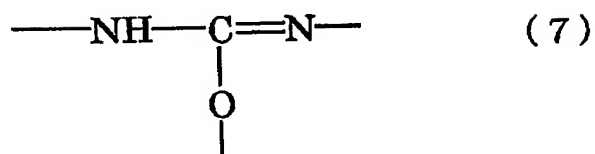
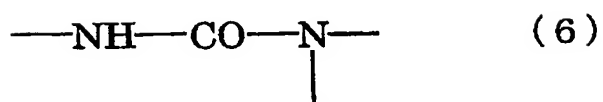
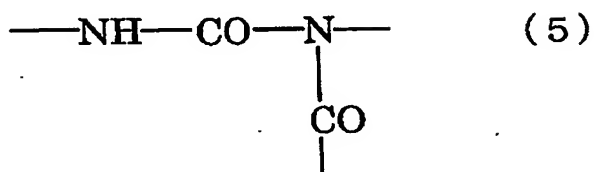
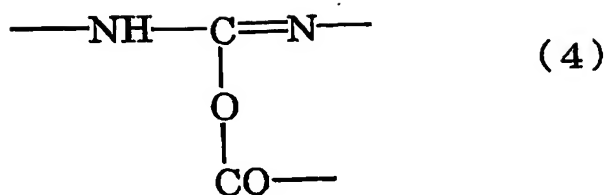
ここで、Aは、ポリカルボジイミド化合物の合成に用いたジイソシアネート化合物のイソシアネート基を除く残基である。Xはカルボジイミド基とそれに反応可能な官能基を反応させて得られる3価の連結基、Yはポリエステル鎖、ポリエーテル鎖、ポリエーテルポリエステル鎖又はポリアクリル鎖であり、m及びnは1以上の整数を表す。

【0051】

なお、上記Xで表される3価の連結基として、例えば、カルボジイミド基とカルボキシル基との反応から形成される連結基は、以下の一般式(4)、(5)、カルボジイミド基と水酸基との反応から形成される連結基は、以下の一般式(6)、(7)、カルボジイミド基とアミノ基との反応から形成される連結基は、以下の一般式(8)で表される。

【0052】

【化4】



【0053】

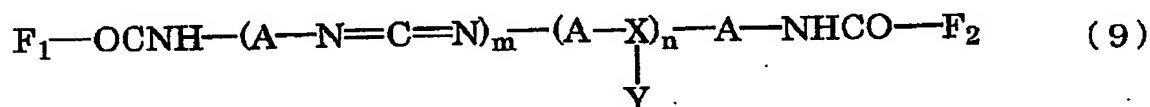
上記一般式中、Rは水素原子又は炭素数1以上の炭化水素基を表す。

【0054】

さらに一般式(3)で表されるカルボジイミド化合物は、分子内にイソシアネート基を有するが、イソシアネート基と反応可能な官能基を有する化合物を反応させることも可能であり、下記一般式(9)で表される化合物も本発明におけるカルボジイミド化合物として利用することができる。

【0055】

【化5】



【0056】

上記一般式中、 $F_1$ 及び $F_2$ は、それぞれ独立に、異なる構造を有しても良い、イソシアネート基と反応可能な官能基を有する化合物の、当該官能基の活性水素の1つを除く残基を表す。Aは、ポリカルボジイミド化合物の合成に用いたジイソシアネート化合物のイソシアネート基を除く残基、Bは、ポリカルボジイミド化合物の合成に用いたモノイソシアネート化合物のイソシアネート基を除く残基である。Xはカルボジイミド基とそれに反応可能な官能基を反応させて得られる3価の連結基、Yはポリエステル鎖、ポリエーテル鎖、ポリエーテルポリエステル鎖又はポリアクリル鎖であり、m及びnは1以上の整数を表す。

【0057】

このようなイソシアネート基と反応可能な官能基を有する化合物としては、残余のカルボジイミド基と反応性が低くて、先にイソシアネート基と選択的に反応する化合物が好ましく、例えば、メタノール、エタノール等の低分子モノアルコール化合物、上記水酸基を含有するポリエステル化合物、ポリアルキレングリコールとそのモノアルキルエステル化合物、ポリメチルメタクリレートジオール、ポリブチルメタクリレートジオール、ポリ2-エチルヘキシルメタクリレートジオール等の水酸基含有ポリアクリル化合物といったような水酸基含有化合物を挙げることができる。

【0058】

その中でも、好ましくは式量が500～5000のポリエステル鎖、ポリエーテル鎖、ポリエーテルポリエステル鎖又はポリアクリル鎖である。

【0059】

なお、以上に挙げた反応、すなわち、上記の水酸基含有化合物を開始剤とした環状エステル化合物の開環反応、オキシカルボン酸の重縮合反応、低分子ジオール化合物と低分子ジカルボン酸化合物との縮重合反応、水酸基含有エステル化合物と酸無水物の開環反応、環状エーテル化合物の開環反応、水酸基含有エーテル化合物と酸無水物との開環反応、カルボジイミド基と、カルボキシル基や水酸基等との反応、更にはイソシアネート基と水酸基等との反応は常法が利用できる。

このカルボジイミド化合物は、カルボジイミド基と、グラフト化ポリエステル鎖、グラフト化ポリエーテル鎖、グラフト化ポリエーテルポリエステル鎖又はグラフト化ポリアクリル鎖とを、それぞれ少なくとも1つ含有する化合物であれば良く、各反応材料を反応させる順序が異なっても、最終的に得られる化合物が同一の分子構造を有すれば、得られる性能も異なるものではない。

【0060】

従って、上記一般式(9)の化合物において、グラフト化ポリエステル鎖、グラフト化ポリエーテル鎖、グラフト化ポリエーテルポリエステル鎖又はグラフト化ポリアクリル鎖を導入するために、先にカルボキシル基含有ポリエステル化合物、カルボキシル基含有ポリエーテル化合物、カルボキシル基含有ポリエーテルエステル化合物又はカルボキシル基含有ポリアクリル化合物を合成後、カルボジイミド基に反応させて上記側鎖とする方法を説明したが、グラフト化ポリエステル鎖、グラフト化ポリエーテル鎖又はグラフト化ポリエーテルポリエステル鎖を導入する場合であれば、先にオキシカルボン酸をカルボジイミド基に反応させて、水酸基をカルボジイミド化合物の分子内に導入した後、環状ポリエステル化合物又は環状ポリエーテル化合物を開環重合させて、ポリエステル鎖、ポリエーテル鎖又はポリエーテルポリエステル鎖をグラフト結合する方法であっても良い。また、グラフトポリアクリル鎖を導入する場合であれば、先にオキシカルボン酸をカルボジイミド基に反応させて、水酸基をカルボジイミド化合物の分子内に導入した後、ポリアクリル鎖をグラフト結合する方法であっても良い。

## 【0061】

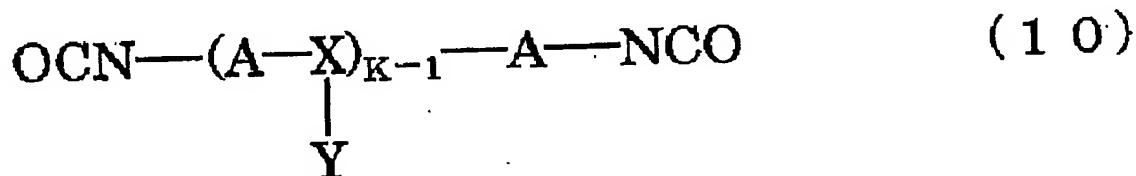
更に、先にイソシアネート基と、それに反応可能な官能基とを反応させた後、グラフト化を行っても良く、そして、これらの反応の順序については、好ましくない副反応生成物の最も少なくなるような条件で合成することが望ましい。

## 【0062】

上記分子内にグラフト化ポリエステル鎖、グラフト化ポリエーテル鎖、グラフト化ポリエーテルポリエステル鎖又はグラフト化ポリアクリル鎖を有するカルボジイミド化合物の第二の例としては、上記一般式(1)で表される化合物と、カルボジイミド基の全てをグラフト化ポリエステル鎖、グラフト化ポリエーテル鎖、グラフト化ポリエーテルポリエステル鎖又はグラフト化ポリアクリル鎖とした下記一般式(10)で表される化合物をもとに、次の方法から得られる化合物を挙げることができる。

## 【0063】

## 【化6】



## 【0064】

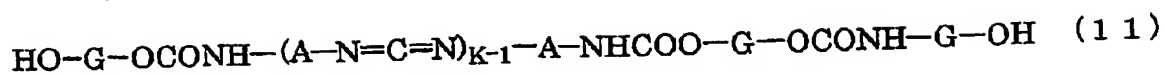
上記一般式中、X、Y、Z、A及びKは全て上記と同じ定義である。

## 【0065】

まず、一般式(1)で表される化合物、又は、一般式(10)で表される化合物のどちらか一方を用い、両末端のイソシアネート基にジオール化合物を反応させて、両末端が水酸基の化合物を得る。例えば、一般式(1)で表される化合物1モルとジオール化合物2モルを反応させて得られる化合物は、下記一般式(11)で表され、一方、一般式(10)で表される化合物1モルとジオール化合物2モルを反応させて得られる化合物は、下記一般式(12)で表される。

## 【0066】

【化7】



【0067】

上記一般式中、Gはジオール化合物の、イソシアネート基と反応した水酸基を除く残基を表す。

【0068】

そして、上記のカルボジイミド基を有するジオール化合物（一般式（11）で表される化合物）に対して、グラフト化ポリエステル鎖、グラフト化ポリエーテル鎖、グラフト化ポリエーテルポリエステル鎖又はグラフト化ポリアクリル鎖を有するジイソシアネート化合物（一般式（10）で表される化合物）、その逆として、このようなグラフト側鎖を有するジオール化合物（一般式（12）で表される化合物）に対して、カルボジイミド基を有するジイソシアネート化合物（一般式（1）で表される化合物）を反応させて得られる化合物は、本発明で利用可能である。

【0069】

更に、ポリカルボジイミド化合物の代わりや併用成分として、モノカルボジイミド化合物や、モノカルボジイミド化合物にグラフト化ポリエステル鎖、グラフト化ポリエーテル鎖、グラフト化ポリエーテルポリエステル鎖又はグラフト化ポリアクリル鎖を導入した化合物等を利用する等の他の組み合わせからでも、このような側鎖を有するカルボジイミド化合物を得ることも可能である。

また、グラフト化反応以外の方法で、カルボジイミド化合物の側鎖としてこれらのグラフト側鎖を導入する方法としては、例えば、上記の一般式（1）で表されるポリカルボジイミド化合物を、グラフト化ポリエステル鎖、グラフト化ポリエーテル鎖、グラフト化ポリエーテルポリエステル鎖又はグラフト化ポリアクリル鎖を有する鎖伸長剤を用いて鎖伸長させる方法等が利用できる。

## 【0070】

このような鎖伸長剤としては、グラフト化ポリエステル鎖を有するものとして、トリメチロールプロパン、ペンタエリスリトール等の水酸基を3つ以上有するポリオール化合物に、上記環状ポリエステル化合物を開環重合させて得られる化合物、上記低分子ジオール化合物に一部トリオール化合物を併用して、上記低分子ジカルボン酸と重縮合させて得られる化合物、ジメチロールプロピオン酸等のジオールモノカルボン酸に、ポリエステル鎖を分子内に有するエポキシ化合物を反応させて得られる化合物等を挙げることができる。また、グラフト化ポリエステル鎖を有するものとして、上記ポリオール化合物に、上記環状ポリエーテル化合物を開環重合させて得られる化合物等を挙げることができる。グラフト化ポリアクリル鎖を有するものとして、上記ポリオール化合物に、カルボキシ基を有する（メタ）アクリル系重合体を反応させて得られる化合物等を挙げることができる。

## 【0071】

以上に例示したようなカルボジイミド化合物において、側鎖として導入するポリエステル鎖、ポリエーテル鎖、ポリエーテルポリエステル鎖又はポリアクリル鎖は、分散媒体中での顔料の分散安定性を向上させる作用を有するものであれば特に制限はないが、好ましくは式量が200以上であり、また、10000以下であることが好ましい。より好ましくは300以上であり、また、5000以下である。

## 【0072】

また、上記カルボジイミド化合物は、カルボジイミド当量が100～50000のものであることが好ましい。より好ましくは、200以上であり、また、10000以下である。ここで、カルボジイミド当量が高すぎると、分散媒体中での顔料の分散安定性が低下するおそれがある。一方、カルボジイミド当量が低すぎると、カルボジイミド基が過剰に存在することになり、やはり分散媒体中での顔料の分散安定性が低下するおそれがある。

## 【0073】

また、本発明で用いるカルボジイミド化合物の数平均分子量としては、1000



以上であり、また、100000以下のものが好ましく、更に好ましくは、1000以上であり、また、50000以下である。カルボジイミド化合物の数平均分子量が高くなりすぎると、分散媒体中に顔料を分散させた際、及び、顔料分散組成物とした際に、適切な粘度のものが得られにくくなり、特に高濃度の顔料分散体が必要なときは好ましくない。一方、数平均分子量が低くなりすぎると、分散媒体中での顔料の分散安定性や、最終的に顔料分散組成物の皮膜となったときの絶縁性が低下して好ましくない。

#### 【0074】

そこで、主に顔料表面に存在する官能基の量や、利用する分野のそれぞれの要求性能に応じて、カルボジイミド化合物の分子内に存在するカルボジイミド基の数やポリエステル側鎖、ポリエーテル側鎖、ポリエーテルポリエステル側鎖、ポリアクリル側鎖等の側鎖との比率は、適宜調整することが好ましい。

#### 【0075】

なお、一般式(3)や(9)で表される化合物は、比較的、簡単な合成条件で得られるという利点がある。しかしながら、少ないカルボジイミド基を有する化合物、例えば、一分子中に2つのカルボジイミド基を有するカルボジイミド化合物に、1つのポリエステル鎖、ポリエーテル鎖、ポリエーテルポリエステル鎖又はポリアクリル鎖をグラフト化反応させようとする、分子内にグラフト化ポリエステル鎖、グラフト化ポリエーテル鎖、グラフト化ポリエーテルポリエステル鎖又はグラフト化ポリアクリル鎖のないもの(カルボジイミド基を2つ含有)、分子内にこれらのグラフト側鎖を2つ有するもの(カルボジイミド基非含有)の、両方の副生成物がそれぞれの反応確率に応じて生成する。

#### 【0076】

このような場合、グラフト化ポリエステル鎖、グラフト化ポリエーテル鎖、グラフト化ポリエーテルポリエステル鎖又はグラフト化ポリアクリル鎖を2つ有する化合物が多く生成すると、本発明の効果が得られにくくなるため、例えば、分子内に平均0.7個程度のグラフト化ポリエステル鎖、グラフト化ポリエーテル鎖、グラフト化ポリエーテルポリエステル鎖又はグラフト化ポリアクリル鎖が得られる条件で本発明において用いるカルボジイミド化合物を合成し、分子内にこの

ようなグラフト側鎖を1つ含有するものと含有しないものの混合物を多く生成させることが望ましい。

#### 【0077】

一方、一般式(11)で表される化合物と一般式(10)で表される化合物を反応させて得られる化合物、一般式(1)で表される化合物と側鎖としてポリエステル鎖、ポリエーテル鎖、ポリエーテルポリエステル鎖又はポリアクリル鎖を有する鎖伸長剤とを反応させて得られる化合物等は、分子内にこのような側鎖とカルボジイミド基とをそれぞれ少なくとも1つ有するカルボジイミド化合物が得られるという利点がある反面、イソシアネート基-水酸基の反応温度等、充分な合成条件を詰めてから行うことが必要となる。

#### 【0078】

次に、本発明で特定するカルボジイミド化合物を用いて、顔料を処理する方法について説明する。

本発明でいう処理とは、顔料分散粒子表面の全面又は一部をカルボジイミド化合物で被覆処理するものであって、具体的には、顔料、カルボジイミド化合物、及び、必要に応じて顔料の分散媒体、補色用有機顔料、その他の添化剤等の混合物を、ロールミル、ニーダー、高速攪拌装置、ビーズミル、ボールミル、サンドミル、超音波分散機、高圧分散装置等を用いて混練し、分散・被覆処理する方法を挙げることができる。

#### 【0079】

本発明においては、カルボジイミド化合物の分子内に存在するカルボジイミド基が、顔料表面に存在するカルボキシル基や水酸基等の官能基と反応して、共有結合による強い吸着力を持つように処理することが好ましい。より好ましくは、カルボジイミド化合物のカルボジイミド基と、顔料表面のカルボキシル基とを反応させることにより処理顔料を得ることである。

なお、分散媒体を用いずに、カルボジイミド化合物のみで顔料の処理を行うには、カルボジイミド化合物の融点以上であって、また、カルボジイミド基と、顔料表面に存在する官能基との反応を促進できる温度まで加温することが好ましい。

上記の反応を促進する温度としては、概ね100℃以下であって、好ましくは4

0～80℃程度である。このような方法から得られる処理顔料は、粗粉碎又はチップ状としておき、後から任意の用途で好適な分散媒体中に分散して利用することができる。

#### 【0080】

一方、本発明で用いるカルボジイミド化合物を溶解可能で、顔料を安定的に分散できる有機系分散媒体又は水性媒体中に、顔料を分散させながら処理を行う方法では、比較的低温でも処理が可能であるが、更に上記反応を促進する温度まで加温することがより好ましい。そして、インキや塗料の分野で好適に利用される分散媒体中に、顔料を微細に分散して処理が行われたものについては、そのまま顔料分散体としてインキ化や塗料化が可能である。

#### 【0081】

ここで、インキや塗料の分野で好適に利用される分散媒体を例示すると、有機系分散媒体として、エチレングリコールモノメチルエーテル、エチレングリコールモノエチルエーテル、ジエチレングリコールモノメチルエーテル、ジエチレングリコールモノエチルエーテル、プロピレングリコールモノメチルエーテル、プロピレングリコールモノエチルエーテル等の（ポリ）アルキレングリコールモノアルキルエーテル類；エチレングリコールモノメチルエーテルアセテート、エチレングリコールモノエチルエーテルアセテート、プロピレングリコールモノメチルエーテルアセテート等の（ポリ）アルキレングリコールモノアルキルエーテルアセテート類；ジエチレングリコールジエチルエーテル、ジエチレングリコールメチルエチルエーテル、テトラヒドロフラン等のエーテル類；メチルエチルケトン、メチルソブチルケトン、シクロヘキサノン、2-ヘプタノン、3-ヘプタノン等のケトン類；2-ヒドロキシプロピオン酸メチル、2-ヒドロキシプロピオン酸エチル等の乳酸アルキルエステル類；2-ヒドロキシ-2-メチルプロピオン酸エチル、3-メチル-3-メトキシブチルプロピオネート、3-メトキシプロピオン酸メチル、3-エトキシプロピオン酸エチル、エトキシ酢酸エチル、ヒドロキシ酢酸エステル、酢酸エチル、酢酸n-ブチル、酢酸イソブチル、プロピオン酸n-ブチル、アセト酢酸メチル、蟻酸n-アミル、ピルビン酸エチル等のエステル類；トルエン、キシレン等の芳香族炭化水素類；n-メチルピロリドン、

N, N-ジメチルホルムアミド、N, N-ジメチルアセトアミド等のアミド類を挙げることができる。なお、これらの分散媒体は、単独で又は2種以上を混合して使用することができる。

#### 【0082】

また、水性媒体としては、水のみであってもよく、水混和性の有機系分散媒体との併用であってもよい。

更に、顔料の処理を行うために用いるカルボジイミド化合物の使用比率は、好ましくは顔料1重量部に対して10質量%以上であり、より好ましくは20質量%以上であり、また、50質量%以下であるが、顔料表面に存在する官能基の多少や、分散性能、流動性、絶縁性等の要求性能等によって調整するのが好ましい。

#### 【0083】

このようにして得られた処理顔料は、必要に応じて各種バインダー樹脂、溶剤、界面活性剤、その他の各種添加剤を含有させて、印刷インキ、塗料、液晶カラーフィルタ用顔料分散レジスト組成物、インクジェット用インキ、筆記具用インキ、リボンインキ、液体现像剤等の分野で好適に利用されることになる。本発明においては、分散媒体中に処理顔料を分散させた分散体組成物、すなわち処理顔料を含有する顔料分散組成物に利用されることが好ましく、このような顔料分散組成物もまた本発明を構成するものである。

#### 【0084】

##### 【実施例】

以下、実施例を挙げて本発明を具体的に説明するが、本発明はこれら実施例に限定されるものではない。なお特に断りのない限り、本実施例において「部」は重量部を表す。

#### 【0085】

##### 【カルボジイミド化合物の調製】

##### （調製例1）

還流冷却管、窒素導入管、攪拌棒、温度計を備えた四つ口フラスコに、イソシアネート基を有するカルボジイミド当量262のポリガルボジイミド化合物76.3部、分子量2000のポリ（3-メチルペンチルアジペート）ジオール113

7部、メチルジエタノールアミン4.5部を仕込み、約100℃で8時間反応させ、次いで、プロピレングリコールモノメチルエーテルアセテート(PMAC)291.7部を仕込んで平均分子量約10000のカルボジイミド化合物(1)を得た。

【0086】

(調製例2)

還流冷却管、窒素導入管、攪拌棒、温度計を備えた四つ口フラスコに、イソシアネート基を有するカルボジイミド当量316のポリカルボジイミド化合物50.0部、分子量1000のポリ(3-メチルペンチルアジペート)ジオール115.7部を仕込み、約100℃で5時間保持して、イソシアネート基と水酸基とを反応させ、次いで、末端にカルボキシル基を有する分子量2000のポリカプロラク톤の開環重合体84.6部を仕込み、約100℃で2時間保持して、カルボジイミド基とカルボキシル基とを反応させた後、プロピレングリコールモノメチルエーテルアセテート375.5部を仕込んで数平均分子量約4200、カルボジイミド当量1583のカルボジイミド化合物(2)を得た。

【0087】

(調製例3)

還流冷却管、窒素導入管、攪拌棒、温度計を備えた四つ口フラスコに、イソシアネート基を有するカルボジイミド当量316のポリカルボジイミド化合物50.0部、分子量1000のポリ(3-メチルペンチルアジペート)ジオール115.7部を仕込み、約100℃で5時間保持して、イソシアネート基と水酸基とを反応させ、次いで、末端にカルボキシル基を有する分子量2000のプロピレンオキサイドの開環重合体84.6部を仕込み、約100℃で2時間保持して、カルボジイミド基とカルボキシル基とを反応させた後、プロピレングリコールモノメチルエーテルアセテート375.5部を仕込んで数平均分子量約4200、カルボジイミド当量1583のカルボジイミド化合物(3)を得た。

【0088】

(調製例4)

還流冷却管、窒素導入管、攪拌棒、温度計を備えた四つ口フラスコに、イソシア

ネート基を有するカルボジイミド当量316のポリカルボジイミド化合物50.0部、分子量1000のポリ(3-メチルペンチルアジペート)ジオール115.7部を仕込み、約100℃で5時間保持して、イソシアネート基と水酸基とを反応させ、次いで、末端にカルボキシル基を有する分子量2000の(メタ)アクリル系重合体84.6部を仕込み、約100℃で2時間保持して、カルボジイミド基とカルボキシル基とを反応させた後、プロピレングリコールモノメチルエーテルアセテート375.5部を仕込んで数平均分子量約4200、カルボジイミド当量1583のカルボジイミド化合物(4)を得た。

【0089】

[実施例1～10、比較例1、2]

実施例1及び2は、カルボジイミド化合物(1)で表面処理した顔料であり、実施例3～10は、各カルボジイミド化合物で表面処理しながら同時に分散媒体中に分散させた、表面処理顔料の分散組成物として得られるものである。

【0090】

(実施例1及びその分散組成物の調製)

スチールビーズ(Φ5mm)1000gを容量1000mlのスチール缶に、プラズマ処理されたC. I. ピグメントレッド122を50g、精製水450gを仕込んだ。この混合物をペイントコンディショナーを用い30分間練肉し、水性顔料分散体を得た。この水性顔料分散体を還流冷却管、窒素導入管、攪拌棒、温度計を備えた四つ口フラスコに移し、攪拌しながらカルボジイミド化合物(1)、50g、プロピレングリコールモノメチルエーテルアセテート170gを添加し、約90℃で8時間反応させた。反応後、精製水及びプロピレングリコールモノメチルエーテルアセテートを除去し、真空乾燥機に入れ80℃で2時間乾燥し、カルボジイミド化合物により表面処理された実施例1の表面処理顔料(表面処理顔料1)を得た。さらに表1の組成の材料を、ビーズミルで1昼夜、温度60℃の温度で混練して、実施例1の表面処理顔料の分散組成物を得た。

【0091】

(実施例2及びその分散組成物の調製)

スチールビーズ(Φ5mm)1000gを容量1000mlのスチール缶に、プ

ラズマ処理されたC. I. ピグメントブルー15:3を50g、精製水450gを仕込んだ。この混合物をペイントコンディショナーを用い30分間練肉し、水性顔料分散体を得た。この水性顔料分散体を還流冷却管、窒素導入管、攪拌棒、温度計を備えた四つ口フラスコに移し、攪拌しながらカルボジイミド化合物(1)、50g、プロピレングリコールモノメチルエーテルアセテート170gを添加し、約90℃で8時間反応させた。反応後、精製水及びプロピレングリコールモノメチルエーテルアセテートを除去し、真空乾燥機に入れ80℃で2時間乾燥し、カルボジイミド化合物により表面処理された実施例2の表面処理顔料(表面処理顔料2)を得た。さらに表1の組成の材料を、ビーズミルで1昼夜、温度60℃の温度で混練して、実施例2の表面処理顔料の分散組成物を得た。

#### 【0092】

(実施例3～10、比較例1、2の分散組成物の調製)

表1の組成の材料を、ビーズミルで1昼夜、温度60℃の温度で混練し、カルボジイミド化合物により表面処理された実施例3～10の表面処理顔料の分散組成物、比較例1、比較例2の顔料分散組成物を得た。

#### 【0093】

##### [評価試験]

(顔料分散性)

実施例1～10、比較例1、比較例2の各顔料分散組成物について、B型粘度計を用いて25℃における粘度(初期粘度)を測定し、顔料分散性を評価した。評価結果は表1に示す。

#### 【0094】

(分散安定性)

実施例1～10、比較例1、比較例2の各顔料分散組成物について、40℃の恒温室に7日間保存した後、B型粘度計を用いて25℃における粘度(経時粘度)を測定し、分散安定性を評価した。評価結果は表1に示す。

#### 【0095】

【表1】

	実 施 例										比 較 例	
	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	1	2
表面処理顔料1	28	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—
表面処理顔料2	—	28	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—
ブラスマ処理されたC. I. ピグメントレッド122	—	—	20	20	20	20	—	—	—	20	—	—
ブラスマ処理されたC. I. ピグメントブルー15:3	—	—	—	—	—	—	20	20	20	—	20	—
C. I. ピグメントレッド122	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	20
C. I. ピグメントブルー15:3	—	—	—	—	—	—	20	—	—	—	—	—
カルボジイミド化合物1	—	—	20	—	—	—	—	20	—	—	—	—
カルボジイミド化合物2(ポリエステル鎖)	—	—	—	20	—	—	—	20	—	—	—	—
カルボジイミド化合物3(ポリエーテル鎖)	—	—	—	—	20	—	—	—	20	—	—	—
カルボジイミド化合物4(ポリアクリル鎖)	—	—	—	—	—	20	—	—	—	20	—	—
PB821	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	8	8
PMAC	72	72	60	60	60	60	60	60	60	60	72	72
合計	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100
初期粘度 ( $\times 10^{-3}$ Pa·s)	11.5	12.0	9.6	10.2	10.2	9.4	9.2	11.5	11.3	9.0	$2.3 \times 10^3$	$2.4 \times 10^3$
40°C7日後の粘度 ( $\times 10^{-3}$ Pa·s)	12.4	12.5	10.2	11.0	10.8	9.4	9.4	12.0	11.7	9.0	$1.5 \times 10^4$	$1.2 \times 10^4$
評価試験												

顔 料 分 散 組 成 物 の 組 成 ( 部 ) .

【0096】



表1中、PB821（商品名）とは、味の素社製の顔料分散剤である。

【0097】

【発明の効果】

本発明で得られた処理顔料は、高い顔料濃度でも良好な流動性と分散安定性を有し、かつ顔料を微細に分散した場合でも良好な流動性と分散安定性を有する流動性を有するインキや塗料を得ることができる。また、高級顔料を使用した場合であっても、良好な初期の微細分散安定性及び経時安定性を示すものであり、印刷インキ、塗料、液晶カラーフィルタ用顔料分散レジスト組成物、インクジェット用インキ、筆記具用インキ、リボンインキ、液体現像剤等に好適に適用できるものである。

【書類名】 要約書

【要約】

【課題】 顔料濃度が高い場合であっても良好な流動性、分散安定性を示す処理顔料及びそれを含有する顔料分散組成物を提供する。また、高級顔料を使用した場合であっても、良好な初期の微細分散安定性及び経時安定性を示す処理顔料、及び、それを含有する顔料分散組成物を提供する。

【解決手段】 カルボジイミド基と反応する官能基を有する顔料（但し、カーボンブラックは除く）を、カルボジイミド化合物で処理してなる処理顔料、及び、上記処理顔料を含有する顔料分散組成物。

【選択図】 なし

認定・付加情報

特許出願の番号

特願 2002-186838

受付番号

50200937858

書類名

特許願

担当官

第六担当上席

0095

作成日

平成14年 6月27日

<認定情報・付加情報>

【提出日】

平成14年 6月26日

次頁無

出 願 人 履 歴 情 報

識別番号

[000105947]

1. 変更年月日 2001年 8月 8日

[変更理由] 住所変更

住 所 大阪府大阪市西区江戸堀1丁目23番37号

氏 名 サカティンクス株式会社